



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 198 19 058 A 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
C 08 L 25/06
C 08 J 9/20

②① Aktenzeichen: 198 19 058.1
②② Anmeldetag: 29. 4. 98
④③ Offenlegungstag: 4. 11. 99

DE 198 19 058 A 1

⑦① Anmelder:
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

⑦② Erfinder:
Glück, Guiscard, Dr., 55129 Mainz, DE; Batscheider,
Karl-Heinz, 67112 Mutterstadt, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ Teilchenförmige expandierbare Styrolpolymerisate

⑤⑦ Die Erfindung betrifft teilchenförmige expandierbare Styrolpolymerisate, die schwach angeschäumt sind, so daß ihre Schüttdichte 0,1 bis 20% niedriger ist als die Schüttdichte der ungeschäumten EPS-Partikel. Die schwach angeschäumten EPS-Partikel können zu Schaumpartikeln mit grober Zellstruktur verschäumt werden.

DE 198 19 058 A 1

Die Erfindung betrifft schwach angeschäumte teilchenförmige, expandierbare Styrolpolymerisate (EPS-Partikel), ihre Herstellung sowie daraus hergestellte vorgeschäumte EPS-Partikel mit grober Zellstruktur.

5 Polystyrolpartikelschaumstoffe sind seit langer Zeit bekannt und haben sich auf vielen Gebieten bewährt. Die Herstellung derartiger Schaumstoffe erfolgt durch Aufschäumen von mit Treibmitteln imprägnierten EPS-Partikel und das nachfolgende Verschweißen der so hergestellten Schaumpartikel zu Formkörpern.

EPS-Partikel werden in der Regel entweder durch Extrusion einer Schmelze von treibmittelhaltigem Polystyrol in ein Wasserbad und anschließende Granulierung hergestellt oder durch Polymerisation von Styrol in wässriger Suspension in Gegenwart von Treibmitteln. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, daß man Polystyrol-Partikel in wässriger Suspension mit Treibmittel imprägniert. In allen Fällen werden die erhaltenen EPS-Partikel gewaschen, von anhaftendem Wasser befreit und dann meist zur Entfernung von Innenwasser in einem warmen Luftstrom konditioniert. Vor der Weiterverarbeitung zu Schaumstoffen werden die Partikel schließlich mehr oder weniger lang gelagert.

Es hat sich nun gezeigt, daß bei der Konditionierung und/oder Lagerung die Schäumeigenschaften der EPS-Partikel sich oftmals verändern. Werden EPS-Partikel direkt anschließend an ihre Herstellung geschäumt, dann weisen die erhaltenen vorgeschäumten Partikel eine verhältnismäßig grobe Zellstruktur mit einer Zellzahl von beispielsweise 3 bis 5 Zellen pro mm auf, während konditionierte bzw. gelagerte EPS-Partikel beim Schäumen vorgeschäumte Partikel mit einer feinzelligen Struktur entsprechend einer Zellzahl von beispielsweise mehr als 6 Zellen pro mm ergeben. Eine zu feinzellige Schaumstruktur ist jedoch in vielen Fällen unerwünscht, weil sie zu einer erhöhten Wärmeleitfähigkeit der Schaumstoff-Formkörper, d. h. zu geringer Wärmedämmwirkung führt.

Der Erfindung lag also die Aufgabe zugrunde, EPS-Partikel bereitzustellen, die beim Verschäumen vorgeschäumte Partikel mit grober Zellstruktur ergeben.

Diese Aufgabe wird gelöst durch EPS-Partikel, die schwach angeschäumt sind, so daß ihre Schüttdichte 0,1 bis 20% niedriger ist als die Ausgangs-Schüttdichte der ungeschäumten EPS-Partikel.

25 Die erfindungsgemäßen expandierbaren Styrolpolymerisate enthalten als Polymermatrix insbesondere Homopolystyrol oder Styrolcopolymerisate mit bis zu 20 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Polymeren, an ethylenisch ungesättigten Comonomeren, insbesondere Alkylstyrole, Divinylbenzol, Acrylnitril oder α -Methylstyrol. Auch Blends aus Polystyrol und anderen Polymeren, insbesondere mit Kautschuk und Polyphenylenether sind möglich.

Die Styrolpolymerisate können die üblichen und bekannten Hilfsmittel und Zusatzstoffe enthalten, beispielsweise 30 Treibmittel Flammenschutzmittel, Keimbildner, UV-Stabilisatoren, Kettenüberträger, Farbstoffe, Kohlenstoffpartikel, Weichmacher und Antioxidantien.

Treibmittel sind in den üblichen Mengen von etwa 3–10 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Polymeren, enthalten. Als Treibmittel eingesetzt werden üblicherweise aliphatische Kohlenwasserstoffe mit 3 bis 10, vorzugsweise 4 bis 6 Kohlenstoffatomen.

35 Die erfindungsgemäßen, schwach angeschäumten EPS-Partikel können nach verschiedenen Verfahren hergestellt werden.

Bei einem ersten Verfahren wird eine Treibmittel enthaltende Polystyrol-Schmelze in ein Wasserbad extrudiert, der Schmelzestrang wird dort abgekühlt und unter Wasser granuliert. Dabei wird entweder das Wasserbad auf eine Temperatur zwischen 50 und 90°C, vorzugsweise zwischen 55 und 80°C temperiert. Bei höheren Temperaturen, z. B. über 40 60°C, wird an das Wasserbad, das sich in einem geschlossenen System befinden muß, ein Unterdruck angelegt, so daß der im System herrschende Druck 2 bis 20 bar, vorzugsweise 5 bis 15 bar beträgt. Die Temperierung bzw. der Druck bewirkt dann ein schwaches, genau kontrolliertes Anschäumen.

Bei einem zweiten Verfahren wird Styrol, gegebenenfalls zusammen mit Comonomeren, in wässriger Suspension in Gegenwart von Treibmitteln bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck polymerisiert. Die Suspension der entstandenen EPS-Partikel wird dann abgekühlt, entspannt und abgelassen. Dabei wird die Suspension nur auf eine Temperatur 45 zwischen 60 und 90°C, vorzugsweise auf 65 bis 80°C abgekühlt, dann wird entspannt und nachfolgend abgelassen.

Bei einem dritten Verfahren werden EPS-Partikel in einem Mischaggregat, beispielsweise in einem Trommelmischer, mit üblichen Beschichtungsmitteln vermischt, wobei die Temperatur beim Vermischen zwischen 60 und 90°C, vorzugsweise zwischen 65 und 80°C liegt. Hier sollte die Verweilzeit im Mischer 1 min nicht übersteigen. Übliche Beschichtungsmittel sind z. B. Hydrophobierungsmittel, Antiverklebungsmittel und Mittel zur Verkürzung der Entformzeit.

Bei einem vierten Verfahren werden EPS-Partikel mit heißer Luft oder mit Wasserdampf bei einer Temperatur zwischen 60 und 100°C, 0,5 bis 5 sec. lang behandelt. Diese Behandlung kann z. B. in einem kontinuierlichen EPS-Vorschäumer oder EPS-Druckvorschäumer durchgeführt werden.

Bei allen genannten Verfahren werden die EPS-Partikel schwach angeschäumt, so daß ihre Schüttdichte 0,1 bis 20%, 55 vorzugsweise 0,5 bis 10% und insbesondere 1 bis 5% niedriger ist als die Schüttdichte der ungeschäumten EPS-Partikel, die im allgemeinen 600 g/l beträgt. Die mittlere Partikelgröße liegt meist zwischen 0,2 und 2,0 mm.

Die erfindungsgemäßen, schwach angeschäumten EPS-Partikel werden wie üblich gewaschen, vom anhaftenden Wasser befreit und zur Entfernung des Innenwassers mit einem 30 bis 50°C heißen Luftstrom 1 bis 3 Stunden lang konditioniert.

60 Das Aufschäumen erfolgt dann wie üblich durch ein- oder mehrmaliges Behandeln mit Wasserdampf bei Temperaturen zwischen 100 und 120°C in offenen oder geschlossenen Vorschäumern. Die erhaltenen Schaumpartikel weisen eine mittlere Teilchengröße von 1 bis 10, insbesondere 2 bis 8 mm auf. Sie zeichnen sich durch eine grobe Zellstruktur aus, welche sich insbesondere auch bei Konditionierung und/oder Lagerung nicht mehr verändert. Ihre Zellzahl liegt bei einer Schüttdichte von 8 bis 20 g/l zwischen 1 und 6, insbesondere zwischen 2 und 4 Zellen pro mm. Bei einer höheren Schüttdichte ist die Zellzahl etwas höher.

Die vorgeschäumten Partikel werden wie üblich mittels Wasserdampf in nicht gasdicht schließenden Formen zu Platten, Blöcken oder Formteilen verschweißt, die als Isoliermaterialien oder Verpackungsteile verwendet werden können.

Die in den Beispielen genannten Teile und Prozente beziehen sich auf das Gemisch.

Beispiel 1

Polystyrol mit einem mittleren Molekulargemisch M_w von 200.000 wurde zusammen mit 2% Graphit, 1,4% Hexabromcyclododecan sowie 0,7% Dicumyl in einem Zweischneckenextruder (ZSK 53) dosiert. Zu der Schmelze im Extruder wurden zusätzlich noch 5% Pentan zugemischt. Die aus der Düse austretende Schmelze wurde mittels eines Unterwassergranulators granuliert. Die Granulierung wurde unter 10 bar Druck durchgeführt. Die Prozeßwassertemperatur des Unterwassergranulators betrug 65°C, die Verweilzeit etwa 10 sec.

- a) Eine Hälfte des erhaltenen perlformigen schwarzen Granulats wurde sofort mittels Wasserdampf vorgeschäumt und anschließend zu Schaumstofformteilen verschweißt.
b) Die andere Hälfte wurde bei 50°C im Luftstrom für 3 Stunden konditioniert und anschließend weiterverarbeitet.

Beispiel 2

Analog Beispiel 1, jedoch betrug die Prozeßwassertemperatur wie üblich 35°C.
In Tabelle 1 sind die Schüttdichten der EPS-Partikel und der Schaumpartikel sowie die Zellzahlen aufgeführt:

Beispiel	Schüttdichte EPS-Partikel g/l	Schüttdichte Schaumpartikel g/l	Zellzahl Zellen/mm
1a	590	15	2,8 ± 0,6
1b	590	15	2,9 ± 0,5
2a	600	15	2,7 ± 0,7
2b	600	15	6,8 ± 0,4

Beispiel 1 ist erfindungsgemäß.

Beispiel 3

In 17,03 kg Styrol werden 2,55 kg Polystyrol (PS 158 K der BASF) gelöst und 98 g pulverförmiges Graphit (Graphitwerk Kropfmühle KG, UF2 96/97) homogen suspendiert unter Beimischung von 59,6 g Dicumylperoxid und 20,4 g Dibenzoylperoxid. Die organische Phase wird in 19,5 l vollentsalztes Wasser in einem 50 l Rührkessel eingebracht. Die wässrige Phase enthält 69,8 g Natriumpyrophosphat und 129,5 g Magnesiumsulfat. Man erhitzt die Suspension auf 80°C. Nach 140 Minuten wird 3,51 g Emulgator K 30/40 (Bayer AG) zugegeben. Nach weiteren 30 Minuten wird 1175,1 g Pentan zudosiert und bei 134°C auspolymerisiert. Der Kesselinhalt wird anschließend unter Druck auf Raumtemperatur abgekühlt und entspannt. Nach dem Abtrennen der wässrigen Phase erhält man ein perlformiges Granulat.

Die Perlen werden 4 Stunden lang mit trockener, 40°C warmer Luft konditioniert, dann mit Wasserdampf vorgeschäumt und anschließend zu Formteilen verschweißt.

Beispiel 4

Analog Beispiel 3, jedoch wird der Kesselinhalt schon bei 70°C entspannt und abgelassen.
Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse.

Beispiel	Schüttdichte EPS-Partikel g/l	Schüttdichte Schaumpartikel g/l	Zellzahl
3	600	15	12,4 ± 1,5
4	595	15	4,8 ± 0,8

Beispiel 4 ist erfindungsgemäß.

Patentansprüche

1. Teilchenförmige expandierbare Styrolpolymerisate (EPS-Partikel), die schwach angeschäumt sind, so daß ihre Schüttdichte 0,1 bis 20% niedriger ist als die Ausgangs-Schüttdichte der ungeschäumten EPS-Partikel.
2. Verfahren zur Herstellung der schwach angeschäumten EPS-Partikel nach Anspruch 1 durch Extrusion einer Schmelze von treibmittelhaltigem Polystyrol in ein Wasserbad, Abkühlen des Schmelzestrangs und Unterwassergranulierung des abgekühlten Strangs, dadurch gekennzeichnet, daß das Wasserbad auf eine Temperatur zwischen 50 und 90°C temperiert ist und sich gegebenenfalls in einem geschlossenen System befindet, in welchem ein Druck zwischen 2 und 20 bar herrscht.

3. Verfahren zur Herstellung der schwach angeschäumten EPS-Partikel nach Anspruch 1 durch Suspensionspolymerisation von Styrol in Gegenwart von Treibmitteln bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck, Abkühlen der Suspension und Entspannen dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension nur auf eine Temperatur zwischen 60 und 90°C abgekühlt und dann entspannt wird.

4. Verfahren zur Herstellung der schwach angeschäumten EPS-Partikel nach Anspruch 1 durch Vermischen von EPS-Partikeln mit üblichen Beschichtungsmitteln in einem Mischaggregat, dadurch gekennzeichnet, daß das Vermischen bei einer Temperatur zwischen 60 und 90°C durchgeführt wird.

5. Verfahren zur Herstellung der schwach angeschäumten EPS-Partikel nach Anspruch 1 durch Behandlung von EPS-Partikeln mit heißer Luft oder mit Wasserdampf, dadurch gekennzeichnet daß die Behandlung 0,5 bis 5 sec. lang bei einer Temperatur zwischen 60 und 100°C durchgeführt wird.

6. Verfahren zur Herstellung von vorgeschäumten EPS-Partikeln durch ein- oder mehrmaliges Aufschäumen von EPS-Partikeln mit Wasserdampf bei Temperaturen zwischen 100 und 130°C, dadurch gekennzeichnet, daß schwach angeschäumte EPS-Partikel nach Anspruch 1 eingesetzt werden.

7. Vorgeschäumte EPS-Partikel mit grober Zellstruktur entsprechend einer Zellzahl von 1 bis 6 Zellen pro mm bei einer Schüttdichte von 8–20 g/l, hergestellt durch das Verfahren nach Anspruch 6.